

PATENT  
0171-1034P

IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: NOMURA, Tadao et al Conf.:  
Appl. No.: NEW Group:  
Filed: November 13, 2003 Examiner:  
For: R-Fe-B SINTERED MAGNET

L E T T E R

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

November 13, 2003

Sir:

Under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55(a), the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on the following application(s):

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
JAPAN	2002-330741	November 14, 2002

A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to Deposit Account No. 02-2448 for any additional fee required under 37 C.F.R. §§ 1.16 or 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

BIRCH, STEWART, KOLASCH & BIRCH, LLP

By   
Gerald M. Murphy, Jr., #28,977

P.O. Box 747  
Falls Church, VA 22040-0747  
(703) 205-8000

GMM/smt  
0171-1034P

Attachment(s)

(Rev. 09/30/03)

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

NOMURA et al  
November 13, 2003  
BSKB, LLP  
703-205-8000  
0171-1034P  
lof1

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日      2002年11月14日  
Date of Application:

出願番号      特願2002-330741  
Application Number:

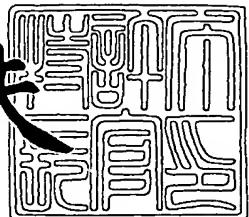
[ST. 10/C] :      [JP2002-330741]

出願人      信越化学工業株式会社  
Applicant(s):

2003年 8月22日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願  
【整理番号】 14281  
【提出日】 平成14年11月14日  
【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿  
【国際特許分類】 H01F 01/053  
【発明者】  
【住所又は居所】 福井県武生市北府 2-1-5 信越化学工業株式会社  
磁性材料研究所内  
【氏名】 野村 忠雄  
【発明者】  
【住所又は居所】 福井県武生市北府 2-1-5 信越化学工業株式会社  
磁性材料研究所内  
【氏名】 美濃輪 武久  
【特許出願人】  
【識別番号】 000002060  
【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社  
【代理人】  
【識別番号】 100079304  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 小島 隆司  
【選任した代理人】  
【識別番号】 100114513  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 重松 沙織  
【選任した代理人】  
【識別番号】 100120721  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 小林 克成

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 003207

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 R-F e-B 系焼結磁石

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 原子百分率で 12 ~ 17 % の R (R は Y を含む希土類元素のうち少なくとも 2 種以上で、かつ Nd 及び Pr を必須とする) 、 0.1 ~ 3 % の Si 、 5 ~ 5.9 % の B 、 10 % 以下の Co 及び残部 Fe の組成を有し、 R<sub>2</sub> (Fe, (Co), Si) <sub>14</sub>B 金属間化合物を主相とする、少なくとも 10 kOe 以上の保磁力を有する R-F e-B 系焼結磁石において、 B リッチ相を含まず、かつ原子百分率で 25 ~ 35 % の R 、 2 ~ 8 % の Si 、 8 % 以下の Co 、残部 Fe からなる R-F e (Co) - Si 粒界相を体積率で少なくとも磁石全体の 1 % 以上有することを特徴とする R-F e-B 系焼結磁石。

【請求項 2】 R リッチ相を含み、 R-F e (Co) - Si 粒界相の体積率が R リッチ相の体積率よりも大きいことを特徴とする請求項 1 に記載の R-F e-B 系焼結磁石。

【請求項 3】 磁石組織中に R-Si 化合物相を含まないことを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の R-F e-B 系焼結磁石。

【請求項 4】 R の一部として Dy 及び / 又は Tb を含み、磁石における Dy 及び Tb を合わせた濃度 (原子百分率) を D としたとき、磁石の保磁力 iHc が少なくとも (10 + 5 × D) kOe 以上であることを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の R-F e-B 系焼結磁石。

【請求項 5】 焼結時もしくは焼結後の熱処理時における冷却工程において、少なくとも 700 ~ 500 °Cまでの間を 0.1 ~ 5 °C/ 分の速度に制御して冷却するか、もしくは冷却途中で少なくとも 30 分以上一定温度を保持する多段冷却により冷却することにより、組織中に R-F e (Co) - Si 粒界相を形成させたことを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の R-F e-B 系焼結磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、添加元素としてSiを含んだR-Fe-B系焼結磁石に関するものである。

### 【0002】

#### 【従来の技術】

従来のR-Fe-B系焼結磁石、例えば特許第1431617号公報、特許第1655487号公報に記載されているR-Fe-B系焼結磁石は、高い磁気特性を有するために様々な分野で用いられるようになってきた。Rとしては、NdやPr元素が中心に用いられているが、そのままでは温度特性に難があるため、Rの一部をDyやTbで置換することにより室温の保磁力を大きくする方法が採られている（特許第1802487号公報等）。

### 【0003】

R-Fe-B系焼結磁石は、 $R_2Fe_{14}B$ の硬磁性相を主相とし、この主相結晶粒のまわりを粒界部が取り囲んだ組織を有している。粒界部はRリッチ相（80～98原子%のRを含む相）、 $R_{1+\epsilon}Fe_4B_4$ （R=Ndの場合、 $\epsilon=0.1$ ）もしくは $R_2Fe_7B_6$ なる組成で表されるいわゆるBリッチ相からなり、この他製造工程上避けることのできない酸化物相、炭化物相などが含まれている。

### 【0004】

また、各種元素の添加により、更にRM<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>M、R<sub>5</sub>M<sub>3</sub>（Mは添加元素）などの化合物相が形成されることも知られている。

### 【0005】

Nd磁石への添加元素としてよく用いられるものの一つにSiが挙げられる（特許第2138001号公報、特許第1683213号公報、特許第1737613号公報、特許第2610798号公報、特開昭60-159152号公報、特開昭60-106108号公報等）。この場合、添加の目的は主に、温度特性や耐酸化性の改善にされている。

### 【0006】

しかし、従来、Nd磁石へのSi添加は、微量添加の場合は上記の改善程度があまり大きくなく、逆に1%以上の添加ではBrやiHcなどの磁気特性が低下してしまうことが知られていた。

## 【0007】

## 【特許文献1】

特許第1431617号公報

## 【特許文献2】

特許第1655487号公報

## 【特許文献3】

特許第1683213号公報

## 【特許文献4】

特許第1737613号公報

## 【特許文献5】

特許第1802487号公報

## 【特許文献6】

特許第2138001号公報

## 【特許文献7】

特許第2610798号公報

## 【特許文献8】

特開昭60-106108号公報

## 【特許文献9】

特開昭60-159152号公報

## 【0008】

## 【発明が解決しようとする課題】

保磁力を高くするために重希土類元素を用いた場合、DyやTb等の重希土類元素は、軽希土類元素に比べて地殻中の含有率が低く、Ndに比べて原料単価が非常に高い。Dy, Tbの添加量とともに保磁力は大きくなるが、同時に原料コストも増大することになる。また、今後磁石市場が更に拡大すれば、Dy, Tb等を高濃度に含んだ磁石は供給不足に陥る可能性があり、問題とされている。

従って、別の面から高保磁力化の方法としてDyやTb以外の添加物も検討されている。

しかし、保磁力増大効果の報告がされているV, Mo, Ga等はいずれもレア

メタルに属し、Dyを代替するメリットが少ないので現状である。

また、今後、高温使用に対応したR-Fe-B系磁石が大きな市場を獲得するためには、Dy添加量を極力抑制した上で、保磁力を増大させる新しい方法又は磁石組成の開発が必要である。

本発明は、上記事情を改善するもので、高保磁力を有する安価なR-Fe-B系焼結磁石を提供することを目的とする。

### 【0009】

#### 【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】

本発明者らは、かかる目的を達成するために種々検討した結果、R-Fe-B系焼結磁石の組織構成を $R_2(Fe, (Co), Si)_{14}B$ 主相と $R-Fe(Co)-Si$ 粒界相とを含み、Bリッチ相を含まない組織構成とすることで保磁力が増大し、10kOe以上の保磁力となることを見出し、諸条件及び最適組成を確立して本発明を完成させた。なお、本発明において、(Co)なる表記はCoを含まない場合があることを意味する。

### 【0010】

即ち、本発明は、原子百分率で12～17%のR（RはYを含む希土類元素のうち少なくとも2種以上で、かつNd及びPrを必須とする）、0.1～3%のSi、5～5.9%のB、10%以下のCo及び残部Feの組成を有し、 $R_2(Fe, (Co), Si)_{14}B$ 金属間化合物を主相とする、少なくとも10kOe以上の保磁力を有するR-Fe-B系焼結磁石において、Bリッチ相を含まず、かつ原子百分率で25～35%のR、2～8%のSi、8%以下のCo、残部Feからなる相（以下、 $R-Fe(Co)-Si$ 粒界相とする）を体積率で少なくとも磁石全体の1%以上有することを特徴とするR-Fe-B系焼結磁石を提供する。ここで、Bリッチ相とは、組織中のB濃度が原子比で主相よりも高く、かつR元素を構成元素の一部として含んだ化合物相を示すものとする。 $R_{1+\epsilon}Fe_{4}B_4$ 相などがBリッチ相に該当する。

### 【0011】

また、 $R-Fe(Co)-Si$ 粒界相の体積率がRリッチ相の体積率よりも大きいことが好ましく、磁石組織として $R_5Si_3$ 、 $R_5Si_4$ 、 $RSi$ など、Fe、

Coをほとんど含まず、主としてRとSiのみからなる化合物相（以下、R-Si化合物相とする）を含まないことが望ましい。更に、Rの一部としてDy及び/又はTbを含み、磁石におけるDy及びTbを合わせた濃度（原子百分率）をDとしたとき、磁石の保磁力iHcが $(10 + 5 \times D)$  kOe以上で示されるものが好ましい。

#### 【0012】

更に、製造工程において、焼結時又は焼結後の熱処理時における冷却工程において、少なくとも700~500°Cまでの間を0.1~5°C/分の速度に制御して冷却するか、もしくは冷却途中で少なくとも30分以上一定温度を保持する多段冷却により冷却することにより、磁石組織中のR-Fe(Co)-Si粒界相を形成させることが好ましい。

#### 【0013】

以下、本発明を更に詳細に説明する。

まず、本発明の磁石組成について説明すると、原子百分率で12~17%のR、0.1~3%のSi、5~5.9%のB、10%以下のCo及び残部Feからなる組成を有する。ここで、RはYを含む希土類元素のうち少なくとも2種以上を含有し、かつNd及びPrを必須とする。Ndのみの場合は、Prを含む場合に比べ減磁曲線の角形性が劣り、保磁力も十分でない。一方、Prのみでは、工程中の酸化・発熱などが生じ、取扱いが難しいという問題があり、またPr量が多い場合は高温時の保磁力低下が大きいという問題もある。実用的には、Ndを主体とし、PrはRの半分以下が好ましい。また、さらなる高保磁力を目的として、Rの一部としてDy又はTbなどの元素を含ませることが好ましい。

#### 【0014】

この場合、Rは原子百分率で12%未満では、磁石の保磁力が極端に低下し、17%を超えると残留磁束密度Brが低下する。Siが0.1%未満では、R-Fe(Co)-Si粒界相存在比が少ないためにiHcが十分でなく、3%を超えるとR-Si化合物相が残ったままであったり、主相に含まれるSi量が増加したりして磁気特性が低下する。この点からSi量は特に0.2~2%、更に好ましくは0.2~1%であることが望ましい。

## 【0015】

また、B量は5.9%を超えるとR-Fe(Co)-Si粒界相が形成されず、5%未満では主相の体積率が減少して磁気特性が低下する。特にBの5.9%という上限値は重要な要素である。Bがこれより多い場合は、先にも述べたように、R-Fe(Co)-Si粒界相が形成されず、具体的には、主相であるR<sub>2</sub>(Fe, (Co), Si)<sub>14</sub>B相（組成を原子百分率に直すとRが11.76原子%、(Fe, (Co), Si)が82.35原子%、Bが5.88原子%となる）以外にBを高濃度に含有した何らかの相が存在することを意味し、多くの場合には、R<sub>1+ε</sub>Fe<sub>4</sub>B<sub>4</sub>（R=Ndの場合、ε=0.1）やR<sub>2</sub>Fe<sub>7</sub>B<sub>6</sub>なる組成で表されるBリッチ相が形成される。本発明者らが検討した結果では、このBリッチ相が組織内に存在するときにはR-Fe(Co)-Si粒界相が形成されず、本発明の目的とする磁石とならない。このためBは5～5.9原子%とし、更に5.1～5.8原子%、特に5.2～5.7原子%であることが一層好ましい。

## 【0016】

組成の残部はFeからなるが、一部を製造上不可避の混入物あるいは磁気特性向上のための添加物としてAl, Ti, V, Cr, Mn, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, Zr, Nb, Mo, In, Sn, Sb, Hf, Ta, W, Pt, Au, Hg, Pb, Biなどの元素で置換してもよい。この時の置換量は、磁気特性が低下しないように全て合わせて3原子%以下が望ましい。

## 【0017】

更に、キュリー温度及び耐食性の向上を目的として、Feの10原子%以下をCoで置換してもよいが、10原子%を超えるCo置換は、iHcの大幅な低下を招くので好ましくない。

## 【0018】

また、本発明の磁石は、酸素含有量が少ないほうが望ましいが、製造工程上、混入が不可避であり、1重量%程度まで許容するものとする。実際には、5000ppm以下が好ましい。その他、不純物としては、H, C, N, F, Mg, P, S, Cl, Ca等の元素を1000ppm以下含むことを許容するが、これら

元素も少ないほうがより好ましい。

### 【0019】

本発明の磁石の組織は、 $R_2(Fe, Co, Si)_{14}B$ 相を主相とし、また $R-Fe(Co)-Si$ 粒界相が体積率で1%以上存在するものとする。1%未満の時は、 $R-Fe(Co)-Si$ 粒界相の及ぼす効果が磁気特性に反映されず、十分に高い $iHc$ が得られないためである。この $R-Fe(Co)-Si$ 粒界相は、より好ましくは体積率で1~20%、更に好ましくは1~10%であることが望ましい。

### 【0020】

この $R-Fe(Co)-Si$ 粒界相は、 $I4/mcm$ なる結晶構造をもつ金属間化合物相であると考えられるが、EPMAなどの分析手法を用いて定量分析すると、測定誤差を含めて25~35原子%R、2~8原子%Si、0~8原子%Co、残部Feなる範囲にある。このとき主相のSi濃度は $R-Fe(Co)-Si$ 粒界相のSiの濃度より低く、0.01~1.5原子%の範囲にあることが望ましい。

なお、磁石組成としてCoを含まない場合もあるが、このとき当然ながら、主相及び $R-Fe(Co)-Si$ 粒界相にはCoが含まれないものとする。

### 【0021】

更に、本発明において、Bリッチ相は含まれないが、Rリッチ相、酸化物相、炭化物相などの相や空孔部など、更にCoを含む場合は $R_3Co$ 相などが $R-Fe(Co)-Si$ 粒界相と同時に存在しうる。但し、保磁力の向上を効果的に行うには、 $R-Fe(Co)-Si$ 粒界相の体積率がRリッチ相の体積率より高いことが好ましい。また、酸化物相、炭化物相や空孔部は、組織中にできるだけ少ない方が望ましい。

### 【0022】

Ti, V, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, WなどのIVa~VIA族元素を添加した場合は、これらの元素がBを含んだ化合物相を形成する傾向を示すが、例えばTiB<sub>2</sub>相、ZrB<sub>2</sub>相、NbFeB相やV<sub>2</sub>FeB<sub>2</sub>相、Mo<sub>2</sub>FeB<sub>2</sub>相などのように、R元素が構成元素でない場合は、これらの相が組織内に形成されて

も問題ない。但し、これらの相の存在比は、 $B_r$  の大幅な低下を避けるために 3 体積% 以下が好ましい。

### 【0023】

以上の組織構成を有した本発明の磁石は、磁気特性として少なくとも 10 kOe 以上の保磁力を有するものである。 $B_r$  も 10 kG 以上、好ましい場合には 12 kG 以上の特性を有するとよい。R の一部として Dy, Tb を含有する場合は、更に大きな  $iH_c$  が得られ、磁石における Dy 及び Tb を合わせた濃度（原子百分率）を D としたとき、 $iH_c$  は  $(10 + 5 \times D)$  kOe 以上となる。これは従来の R-Fe-B 系磁石と比べて同量の Dy, Tb 添加で大幅に  $iH_c$  が増加している。

### 【0024】

本発明の磁石を製造するためには、まず上記組成範囲の合金を真空又は Ar 等の不活性ガス下での高周波溶解で原料合金を製造する。このとき通常の溶解鋳造法を用いてもよいし、ストリップキャスト法などの手法を用いてもよい。

作製された原料合金は、機械粉碎又は水素化粉碎等の粉碎工程を経て、一旦粗粉碎した後、更にジェットミル粉碎等によって平均粒径 1 ~ 10  $\mu\text{m}$  の合金粉末とする。また別の製造方法として、組成の異なる数種類の合金粉を混合し、平均組成を上記範囲に調整して合金粉末を得てもよい。

### 【0025】

このようにして作製された合金粉末は、磁界中で配向、成形し、焼結される。このとき更なる高特性化のために粉末を非酸化性雰囲気で取扱ってもよい。焼結は、真空又は Ar 等の不活性雰囲気中で 1000 ~ 1200 °C、1 ~ 5 時間処理されることが好ましい。更に、焼結後の冷却は、本発明ではその速度を特に厳密に制御することが有効であり、少なくとも 700 ~ 500 °Cまでの間を 0.1 ~ 5 °C/分の速度で徐冷するか、又は冷却途中で少なくとも 30 分以上一定温度を保持する多段冷却により冷却する。また別の方法として、焼結体を真空又は Ar 等の不活性ガス雰囲気中で一旦 700 °C以上、好ましくは 800 ~ 1000 °C の間に加熱した後、同様の冷却を行ってもよい。5 °C/分を超える冷却速度で単に放冷したり急冷したりした場合は、同一組成であっても R-Fe(Co)-Si

粒界相は十分に形成されず、R-Si化合物相が存在している場合が多い。このときには十分な保磁力が得られない。制御冷却された試料は、保磁力向上のためには、更に400～550℃で熱処理を行ってもよい。

### 【0026】

#### 【実施例】

以下、実施例と比較例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。

### 【0027】

#### 【実施例1～8、比較例1～6】

所定の組成になるように秤量されたNd, Pr, Dy, Tb, Fe, Co, Si及びその他メタルとフェロボロン合金を用い、Ar雰囲気中で高周波溶解後、鋳造して原料合金を得た。この合金に1050℃、10時間の溶体化処理した後、機械粉碎により粗粉とした。この合金粉を更にジェットミルにて微粉碎した。微粉碎後の平均粒径はいずれも3～7μmの範囲内であった。この粉末を10kOeの磁界中で配向しながらプレスして成形体とし、1100℃で2時間焼結した。焼結を終了した試料は、以下の3通りのパターンで冷却した。

### 【0028】

パターンAは焼結後にそのまま400℃まで所定の冷却速度で冷却した。

パターンBは焼結後炉冷して、一旦室温まで冷却した後、再び950℃に加熱して1時間保持後、400℃まで所定速度で冷却したものである。

パターンCは焼結後、段階的に温度を保持する多段冷却を行ったものである。

試料の磁気特性はB Hトレーサーにて測定した。また、試料の一部を研磨し、EPMAにて組織観察と定量分析を行った。各相の構成比は、観察面における面積率をそのまま体積率とした。

### 【0029】

表1に各試料の組成、焼結パターン及び磁気特性を、表2にR-Fe(Co)-Si粒界相の定量分析値と主相、Rリッチ相、R-Fe(Co)-Si粒界相の体積比率を示す（酸化物その他の相もあるため、合計は100%にならない）。

## 【0030】

EPMAで観察したところ、実施例1～8にはBリッチ相及びR-Si化合物相は見当たらなかった。実施例6, 7では粒界部に添加元素とB元素を含む化合物相が見られたが、これら化合物相はR元素を含んでいなかった。

## 【0031】

一方、比較例1～3では、組織中にR-Fe-Co-Si粒界相が見られなかつた。比較例4はBrが10kG以下であり、R-Fe-Co-Si粒界相とともにR-Si化合物相も存在していた。比較例5はRがNdのみであり、保磁力は10kOe以下であった。比較例6は微粉碎した粉末が成形前に着火燃焼したため、粉碎以降の工程を行えなかつた。

## 【0032】

【表1】

	組成 (原子比)	焼結後冷却パターン		磁気特性	
		パターン	制御	Br(kG)	iHc(kOe)
実施例	1 Nd <sub>3.4</sub> Pr <sub>5.6</sub> Fe <sub>6.1</sub> Si <sub>0.4</sub> B <sub>5.6</sub>	A	0.4°C/分	13.6	12.6
	2 Nd <sub>9.0</sub> Pr <sub>6.0</sub> Fe <sub>6.1</sub> Co <sub>3.7</sub> Si <sub>0.5</sub> B <sub>5.4</sub>	A	1.7°C/分	13.3	15.0
	3 Nd <sub>11.3</sub> Pr <sub>3.3</sub> Dy <sub>0.8</sub> Fe <sub>6.1</sub> Co <sub>4.5</sub> Si <sub>1.8</sub> B <sub>5.3</sub>	B	1.1°C/分	12.7	19.3
	4 Nd <sub>7.0</sub> Pr <sub>4.4</sub> Dy <sub>2.6</sub> Tb <sub>1.6</sub> Fe <sub>6.1</sub> Co <sub>5.0</sub> Si <sub>1.2</sub> B <sub>5.2</sub>	B	1.7°C/分	11.6	32.7
	5 Nd <sub>11.4</sub> Pr <sub>2.4</sub> Dy <sub>0.9</sub> Fe <sub>6.1</sub> Co <sub>4.0</sub> Si <sub>1.2</sub> B <sub>5.3</sub> Al <sub>1.0</sub>	A	1.1°C/分	12.4	19.8
	6 Nd <sub>12.0</sub> Pr <sub>3.0</sub> Dy <sub>1.0</sub> Fe <sub>6.1</sub> Co <sub>2.0</sub> Si <sub>2.5</sub> B <sub>5.3</sub> Ti <sub>0.1</sub>	A	4°C/分	12.0	18.3
	7 Nd <sub>10.6</sub> Pr <sub>3.2</sub> Dy <sub>0.6</sub> Fe <sub>6.1</sub> Si <sub>0.9</sub> B <sub>5.8</sub> V <sub>0.4</sub>	C	750°C × 1h+ 550°C × 1h+ 400°C × 1h	13.1	15.2
	8 Nd <sub>11.7</sub> Pr <sub>2.6</sub> Tb <sub>0.9</sub> Fe <sub>6.1</sub> Co <sub>3.6</sub> Si <sub>1.0</sub> B <sub>5.4</sub> Cu <sub>0.2</sub>	A	1.7°C/分	12.7	18.5
比較例	1 Nd <sub>11.5</sub> Pr <sub>3.3</sub> Dy <sub>0.8</sub> Fe <sub>6.1</sub> Co <sub>4.4</sub> B <sub>5.3</sub>	A	0.4°C/分	13.0	4.8
	2 Nd <sub>8.8</sub> Pr <sub>6.0</sub> Fe <sub>6.1</sub> Co <sub>3.6</sub> Si <sub>0.4</sub> B <sub>5.4</sub>	—	炉冷	13.4	9.2
	3 Nd <sub>14.0</sub> Dy <sub>0.7</sub> Fe <sub>6.1</sub> Co <sub>3.0</sub> Al <sub>1.0</sub> B <sub>5.5</sub>	A	2°C/分	13.2	13.0
	4 Nd <sub>12.4</sub> Pr <sub>3.5</sub> Dy <sub>0.9</sub> Fe <sub>6.1</sub> Co <sub>1.6</sub> Si <sub>3.5</sub> B <sub>5.1</sub>	B	0.5°C/分	9.8	14.0
	5 Nd <sub>14.0</sub> Fe <sub>6.1</sub> Si <sub>1.5</sub> B <sub>5.2</sub>	B	2°C/分	13.6	7.0
	6 Pr <sub>17.0</sub> Fe <sub>6.1</sub> Si <sub>0.6</sub> B <sub>5.6</sub>	(粉碎後に粉末が着火燃焼)			

## 【0033】

【表2】

		R-Fe(Co)-Si粒界相組成 (原子比)	構成相(体積%)		
			主相	Rリッチ相	R-Fe(Co)-Si粒界相
実施例	1	Nd <sub>17.3</sub> Pr <sub>11.5</sub> Fe <sub>bal</sub> Si <sub>5.4</sub>	90.0	2.0	2.6
	2	Nd <sub>18.1</sub> Pr <sub>12.3</sub> Fe <sub>bal</sub> Co <sub>2.9</sub> Si <sub>5.5</sub>	84.5	2.5	5.1
	3	Nd <sub>24.9</sub> Pr <sub>7.5</sub> Dy <sub>0.4</sub> Fe <sub>bal</sub> Co <sub>3.4</sub> Si <sub>5.3</sub>	82.1	2.6	6.5
	4	Nd <sub>17.0</sub> Pr <sub>10.8</sub> Dy <sub>0.3</sub> Tb <sub>0.1</sub> Fe <sub>bal</sub> Co <sub>3.8</sub> Si <sub>5.1</sub>	82.6	<1.0	10.1
	5	Nd <sub>23.2</sub> Pr <sub>6.9</sub> Dy <sub>0.4</sub> Fe <sub>bal</sub> Co <sub>3.2</sub> Si <sub>5.5</sub> Al <sub>1.5</sub>	81.4	3.0	6.0
	6	Nd <sub>23.3</sub> Pr <sub>5.0</sub> Dy <sub>0.3</sub> Fe <sub>bal</sub> Co <sub>1.8</sub> Si <sub>5.9</sub>	81.9	2.0	2.5
	7	Nd <sub>22.1</sub> Pr <sub>7.0</sub> Dy <sub>0.3</sub> Fe <sub>bal</sub> Si <sub>4.7</sub>	89.1	<1.0	1.5
	8	Nd <sub>22.5</sub> Pr <sub>5.0</sub> Tb <sub>0.3</sub> Fe <sub>bal</sub> Co <sub>3.2</sub> Si <sub>5.4</sub> Cu <sub>0.2</sub>	84.1	2.7	4.8
比較例	1	R-FeCo-Si粒界相なし			
	2				
	3				
	4	Nd <sub>22.9</sub> Pr <sub>6.3</sub> Dy <sub>0.3</sub> Fe <sub>bal</sub> Co <sub>0.9</sub> Si <sub>5.1</sub>	R-Si化合物相あり		
	5	Nd <sub>28.7</sub> Fe <sub>bal</sub> Si <sub>5.5</sub>			
	6				

## 【0034】

## [実施例9]

原子百分率で10%Nd、3.5%Pr、1%Co、1%Al、5.6%B、残部Feなる組成合金をストリップキャスト法で作製した。また、原子百分率で15%Nd、10%Dy、30%Co、1%Al、8%Si、残部Feなる組成の合金をAr雰囲気中高周波溶解により作製した。2種類の合金を各々粉碎し、重量比90:10の割合で混合してからジェットミルにて微粉碎した。微粉碎後の平均粒径は5.5  $\mu$ mであった。この粉末を10kOeの磁界中で配向しながらプレスして成形体とし、1100°Cで2時間焼結した。焼結後350°Cまで3°C/分の速度で冷却した。

試料をBHトレーサーにて測定したところ、Br12.9kG、iHc17.0kOeが得られた。

試料の一部を研磨し、EPMAにて同様に組織観察したところ、Bリッチ相及びR-Si化合物相は見当たらなかった。また主相、Rリッチ相、R-FeCo-Si相は各々87.3%、2.2%、3.8%の割合で存在していた。R-FeCo-Si相の組成値は、原子百分率で20.9%Nd、6.4%Pr、0.3%Dy、2.9%Co、1.8%Al、5.1%Si、残部Feであった。一方、主相のSi%は0.9原子%であった。

## 【0035】

## 【発明の効果】

本発明によれば、R-F e-B系焼結磁石の組織構成を、R<sub>2</sub>(F e, (C o), S i)<sub>14</sub>B主相とR-F e (C o)-S i粒界相を含み、Bリッチ相を含まない組織構成とすることで、10kOe以上の保磁力を有する磁石を得ることができると共に、重希土類元素の含有量を従来の磁石よりも減らすことができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【解決手段】 原子百分率で12～17%のR（RはYを含む希土類元素のうち少なくとも2種以上で、かつNd及びPrを必須とする）、0.1～3%のSi、5～5.9%のB、10%以下のCo及び残部Feの組成を有し、R<sub>2</sub>(Fe, (Co), Si)<sub>14</sub>B金属間化合物を主相とする、少なくとも10kOe以上の保磁力を有するR-Fe-B系焼結磁石において、Bリッチ相を含まず、かつ原子百分率で25～35%のR、2～8%のSi、8%以下のCo、残部FeからなるR-Fe(Co)-Si粒界相を体積率で少なくとも磁石全体の1%以上有することを特徴とするR-Fe-B系焼結磁石。

【効果】 本発明によれば、10kOe以上の保磁力を有する磁石を得ることができると共に、重希土類元素の含有量を従来の磁石よりも減らすことができる。

【選択図】 なし

特願2002-330741

出願人履歴情報

識別番号 [000002060]

1. 変更年月日 1990年 8月22日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 東京都千代田区大手町二丁目6番1号  
氏 名 信越化学工業株式会社

2. 変更年月日 2003年 4月11日  
[変更理由] 名称変更  
住 所 变更  
氏 名 東京都千代田区大手町二丁目6番1号  
信越化学工業株式会社